

## Process for separation of organic by-products of 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethyl ammonium chloride

**Publication number:** CN1296003 (A)

**Publication date:** 2001-05-23

**Inventor(s):** AN FENGFA [CN]; JIAN XIUJUN [CN]; LIU YAN [CN]

**Applicant(s):** QILU PETROCHEMICAL CO CHINA [CN]

**Classification:**

- **International:** **C07C209/86; C07C215/08; C07C209/00; C07C215/00;** (IPC1-7): C07C215/08; C07C209/86

- **European:**

**Application number:** CN19991012538 19991110

**Priority number(s):** CN19991012538 19991110

**Also published as:**

 CN1119320 (C)

### Abstract of CN 1296003 (A)

The present invention relates to a separation method of dichloropropanol and epoxy chloropropane in 3-chloro-2-hydroxytrimethyl ammonium chloride, and is characterized by that it uses aqueous vapour to make continuous reduced-pressure stripping operation in a filled tower, under the conditions of that its vapor-liquid ratio is 0.5-5.0 and vacuity is 0.660-0.098, it can make dichloropropanol content in said product be reduced to below 10ppm, make poxy chloropropane content reduced to below 5ppm, and at the same time, it can raise concentration of said product by above 10%. Said separation method overcomes the defects of product obtained after azeotropic distillation and reduced pressure distillation in which the dichloropropanol content is high and its color is easy to change, raises the quality of product and reduces the energy consumption.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide

L2 ANSWER 1 OF 1 CA COPYRIGHT 2009 ACS on STN  
 AN 136:104207 CA  
 TI Process for separation of organic byproducts of  
 (3-chloro-2-hydroxypropyl)trimethylammonium chloride  
 IN An, Fengfa; Jian, Xiujun; Liu, Yan; Liu, Ying; Wan, Yongxiang  
 PA Qilu Petrochemical Co., China Petrochemical Corp., Peop. Rep. China  
 SO Faming Zhuanli Shenqing Gongkai Shuomingshu, 6 pp.  
 CODEN: CNXXEV  
 DT Patent  
 LA Chinese

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
	-----	----	-----	-----	-----
PI	CN 1296003	A	20010523	CN 1999-112538	19991110 <--
	CN 1119320	C	20030827		
PRAI	CN 1999-112538		19991110		

AB The title compound is purified by steam distillation in corrugated-plate packed tower or plastic (or stainless steel) packed tower. The total content of impurities, e.g., 2-(chloromethyl)oxirane and dichloropropanol after purification is <15 ppm.

1) Family number: 15342574 ( CN1296003 A)

**Title:** Process for separation of organic by-products of 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethyl ammonium chloride

**Abstract:**

Source: CN1296003A The present invention relates to a separation method of dichloropropanol and epoxy chloropropane in 3-chloro-2-hydroxytrimethyl ammonium chloride, and is characterized by that it uses aqueous vapour to make continuous reduced-pressure stripping operation in a filled tower, under the conditions of that its vapor-liquid ratio is 0.5-5.0 and vacuity is 0.660-0.098, it can make dichloropropanol content in said product be reduced to below 10ppm, make poxy chloropropane content reduced to below 5ppm, and at the same time, it can raise concentration of said product by above 10%. Said separation method overcomes the defects of product obtained after azeotropic distillation and reduced pressure distillation in which the dichloropropanol content is high and its color is easy to change, raises the quality of product and reduces the energy consumption.

**International class (IPC 8):** C07C209/86 C07C215/08 (Advanced/Invention);

C07C209/00 C07C215/00 (Core/Invention)

**International class (IPC 1-7):** C07C209/86 C07C215/08

Family:	Publication number	Publication date	Application number	Application date
	CN1119320 C	20030827	CN19991012538	19991110
	CN1296003 A	20010523	CN19991012538	19991110

**Priority:** CN19991012538 19991110

**Assignee(s):** (std): QILU PETROCHEMICAL CO CHINA ; QILU PETROCHEMICAL CO CHINA PE

**Assignee(s):** QILU PETROCHEMICAL CO

**Inventor(s):** (std): AN FENGFA ; JIAN XIUJUN ; JIUN XIUJUN ; LIU YAN

**Inventor(s):** XIUJUN JIAN ; XIUJUN JIUN ; YAN LIU ; FENGFA AN

~

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

C07C215/08

C07C209/86

# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 99112538. X

[43] 公开日 2001 年 5 月 23 日

[11] 公开号 CN 1296003A

[22] 申请日 1999. 11. 10 [21] 申请号 99112538. X

[71] 申请人 中国石化集团齐鲁石油化工公司

地址 255408 山东省淄博市 124 信箱

[72] 发明人 安丰发 菅秀君 刘 燕

刘 莹 万永翔

[74] 专利代理机构 齐鲁石油化工公司专利事务所

代理人 陈慧珍

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图页数 0 页

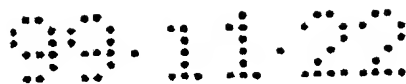
[54] 发明名称 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵有机副产物的分离方法

[57] 摘要

一种 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵中二氯丙醇和环氧氯丙烷的分离方法,在填料塔中用水蒸汽进行连续减压汽提。在汽液比 0.5~5.0,真空度为 0.060~0.098 的条件下,能够使该产品中二氯丙醇的含量降为 10ppm 以下,环氧氯丙烷的含量降为 5ppm 以下,同时使产品提浓 10% 以上。该分离方法克服了共沸蒸馏、减压蒸馏后产品中二氯丙醇含量高和产品易变色的缺点,提高了产品质量,降低了能耗。

ISSN 1008-4274

知识产权出版社出版



## 权 利 要 求 书

1. 一种 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵中有机副产物的分离方法,包括连续减压水蒸汽汽提,除去产品中残留的环氧氯丙烷和二氯丙醇,从而使 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵产品中环氧氯丙烷和二氯丙醇的总含量不大于 15ppm。
2. 如权利要求 1 所述的方法,所述的 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵为 30%~70%的水溶液。
3. 如权利要求 1 所述的方法,所需汽液比为 0.5~5.0。
4. 如权利要求 1 所述的方法,所需汽液比为 0.8~3.0。
5. 如权利要求 1 所述的方法,真空度为 0.060~0.098mpa。
6. 如权利要求 1 所述的方法,真空度为 0.080~0.095mpa。
7. 如权利要求 1 所述的方法,汽提塔所用的填料为波纹填料。
8. 如权利要求 1 所述的方法,所用填料为塑料或不锈钢波纹填料。
9. 如权利要求 1 所述的方法,在汽提过程中产品提浓 10%以上。

## 说明书

### 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵有机副产物的分离方法

本发明是关于 3-氯-2-羟丙基三甲基氯化铵（简称 CHPTMA）中有机副产物的分离方法。

CHPTMA 是一种重要的带有活性基团的阳离子表面活性剂，可用作油田钻井助剂、相转移催化剂、乳化剂、固色剂、硬水软化剂等，它最大的用途是对淀粉、纤维素等高分子物质进行改性，生成可生物降解的阳离子淀粉或阳离子纤维素，广泛用于造纸工业中的增强剂、助留助滤剂、中性施胶的配套助剂。

以三甲胺、盐酸和环氧氯丙烷为原料合成 CHPTMA 的方法有两种：有机溶剂法和水溶液法。两种方法都易生成副产物 1,3—二氯丙醇。1,3—二氯丙醇是环氧氯丙烷在酸性条件下水解得来的，在 CHPTMA 与淀粉反应的过程中，微量的二氯丙醇就能与淀粉发生交联作用，严重影响产品质量；另外，1,3—二氯丙醇沸点高，不与水等多种物质共沸，通常的蒸馏方法不易脱除干净。为了解决这一难题，国内外化学工作者做了大量工作，以去除有机副产物，提高 CHPTMA 的产品质量。例如 JP90295952 公开了在填料塔中减压水汽蒸馏去除 CHPTMA 产品中的环氧氯丙烷及二氯丙醇，所用填料为聚乙烯、聚丙烯等合成树脂或磁制填料。具体方法是：塔顶部装满填料 CHPTMA 粗反应液从塔顶加入，水蒸汽从塔下部对流通入塔内。反应液加完后，一次性排出釜底液。该工艺为半连续工艺，连续进料，间歇出料。对 CHPTMA 粗反应液连续水汽蒸馏 3 次，产品中环氧氯丙烷及二氯丙醇含量才能达到 10ppm 以下；蒸馏后产品浓度不变，与粗反应液一致。

本发明的目的在于提供一种同时脱除 CHPTMA 中的 1,3—二氯丙醇及环氧氯丙烷并浓缩产品的有效方法—减压水蒸汽汽提法。使用该方法，连续汽提一次，二氯丙醇含量能达到 10ppm 以下。由于塔釜液连续不断地排出，避免了热敏性物料 CHPTMA 的分解，塔底产品为无色透明水溶液。

本发明所采用的技术方案是在填料塔中进行，在减压的条件下，CHPTMA 粗水溶液和水蒸汽对流接触，同时汽提去除 CHPTMA 粗水溶液中的环氧氯丙烷和 1,3—二氯丙醇，并将产品水溶液浓度浓缩 10%（w）或以上。

具体的方法是：将填料装入汽提塔中，塔顶部连接冷凝器，冷凝器下部依次装有汽液分离器、废料罐，并与排气泵相连；塔内减压。塔釜带有夹套，可通油浴或蒸汽加热；其下部连接产品罐。产

品罐通过缓冲罐与排气泵连接。由填料塔的上部加入 CHPTMA 的粗水溶液，质量流量计计量。水蒸汽由塔釜上部通入，通过蒸汽流量计计量，管道阀门控制流量大小。维持塔釜液位不变，成品经塔釜排入产品罐。

在汽提过程中，影响其产品中二氯丙醇含量的主要因素是汽液比和填料高度，塔的填料高度大，则所需汽液比小；塔的填料高度小，则需要汽液比大；适宜的汽液比为 0.5~5.0，最好是 0.8~3.0。汽液比太小，有机副产物脱除不干净，CHPTMA 产品达不到使用要求；汽液比太大，容易引起泛塔，导致 CHPTMA 粗反应液从塔顶带出，产品收率下降。适宜的真空度为 0.060~0.098mpa，最好是 0.080~0.095mpa；真空度低于 0.060mpa，产品中 1,3—二氯丙醇含量明显增高。

影响汽提塔处理量的主要因素是塔径和填料高度。塔径和填料高度越大，每单位时间的粗液处理量是增加的，即汽提塔进料速度可以增大。

本发明所使用的填料要首先保证能被 CHPTMA 水溶液润湿良好，且对气液分布要均匀，填料可为不锈钢波纹填料，能被水溶液润湿的塑料波纹填料。

按照本发明提供的方法，汽提一次后产品中环氧氯丙烷  $\leq 5\text{ppm}$ ，1,3—二氯丙醇  $\leq 10\text{ppm}$ ，脱除彻底，有效地提高了产品的质量。同时，在汽提过程中，产品可以提浓 10%，省去了进一步提浓工序，能耗降低；据本发明的方法，塔顶塔底都连续进料、连续出料，CHPTMA 在塔内停留时间短，避免了间歇或半连续蒸馏法下的季铵盐水溶液变色的问题。

下面以实施例来进一步说明本发明。实施例中的组成%，都是质量单位。

#### 实施例 1

在塔径 48mm，填料高度 1000 mm 的填料塔内，填料为 6×6 的不锈钢波纹填料。CHPTMA 粗反应液中含 CHPTMA 38.4%，环氧氯丙烷 0.1%，1,3—二氯丙醇 0.9%。粗反应液以 2L/h 的速度从塔上部进入汽提塔中，水蒸汽从塔底进入，流速 3~5Kg/h，操作条件为：汽液比 1.5~2.0，真空度是塔顶 0.085mpa，塔底 0.080mpa；塔顶出料温度 36℃~40℃，塔底无夹套，温度为 50℃~53℃。每隔 1 小时取样分析塔釜排出液。釜液中产品浓度 40%~43%。其它分析结果见表 1。

表 1 汽提试验结果

序号	汽液比	DCH 含量/ppm	ECH/ppm
H-1	1.5	50	10
H-2	1.5	40	10
H-3	1.5	40	10
H-4	1.5	40	10
H-5	2.0	10	5
H-6	2.0	10	4
H-7	2.0	10	5
H-8	2.0	10	4

## 实施例 2

填料塔内径 80mm, 填料高度 4000mm, 填料为不锈钢波纹填料。CHPTMA 粗反应液中含 CHPTMA 40.1%, 环氧氯丙烷 0.04%, 1,3—二氯丙醇 1.0%。粗反应液从塔顶进入, 流速 10L/h; 水蒸汽从塔底上部进入, 供给速度 7~16Kg/h。汽提塔操作条件为: 汽液比为 0.80~1.5, 塔底真空度为 0.088~0.093 mpa, 塔顶真空度为 0.090~0.097 mpa; 塔顶温度为 31.0℃~35.0℃, 塔底有夹套油浴加热, 温度为 52.0℃~56.0℃。每隔 1 小时分析塔釜排出液, 其中 CHPTMA 产品浓度 50%~52%。实验结果见表 2。

表 2 产品中 1,3—二氯丙醇含量随汽液比的变化

序号	汽液比	DCH 含量/ppm	ECH/ppm
V-1	0.80:1	30	5
V-2	0.80:1	28	4
V-3	1.0:1	20	5
V-4	1.0:1	16	4
V-5	1.5:1	10	4
V-6	1.5:1	10	3

## 实施例 3

与实施例 2 同样的填料塔及操作条件精制 CHPTMA 粗反应液。进料条件为: 粗反应液中含 CHPTMA 58.1%, 环氧氯丙烷 0.1%, 1,3—二氯丙醇 2.5%; 粗反应液供给速度 10L/h, 水蒸汽供给速度 21~26Kg/h。塔釜排出液产品浓度 68%~71%。实验结果见表 3。



99.1.22

表 3 1,3—二氯丙醇含量高的粗反应液汽提结果

序号	汽液比	DCH 含量 (ppm)	ECH (ppm)
R-1	2.0:1	50	8
R-2	2.0:1	43	6
R-3	2.5:1	10	4
R-4	2.5:1	10	4